

全民办化学工业参考資料

化 工 生 产 土 办 法

第 六 輯

(基本化学工业)

化学工业出版社图书編輯部 編

化学工业出版社

目 录

年产 150 吨高锰酸钾生产方法	2
年产 150 吨硝酸钾土法生产	25
并肩式硫酸制造法	38
土法生产漂白粉	43
利用苛化火碱废泥生产轻质碳酸钙	44
利用矿山水提制硫酸亚铁	46
土法提炼硼砂	51
以明矾与食盐制盐酸	51
饴糖制活性炭	52
用硝酸钠、碳酸钾制火药	53
土法制造火药	55

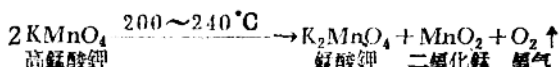
基本化学工業

年产 150 吨高錳酸鉀生产方法

开封化工厂

概 述

高錳酸鉀又称过錳酸鉀，俗名灰錳氧，它的化学符号为 KMnO_4 。高錳酸鉀是斜方晶系柱狀結晶，呈紅紫色并有光澤；味甜而澀；易溶于水而呈紫紅色溶液；其比重为 2.7032，热至 $200 \sim 240^\circ\text{C}$ 时則开始分解而放出氧气，随后能自身發热，則分解更加劇列，致生成錳酸鉀与紅錳等殘渣。



高錳酸鉀在酸性或碱性溶液中都起氧化作用，在酸性溶液中氧化力很强，若在酸性溶液中与还原物质作用，則变成亞錳鹽。在碱性或中性溶液中与还原物质作用則变为二氧化錳，此时氧化力較弱。

高錳酸鉀若与有机物、硫、磷等混合，即能突自發火甚至爆炸。

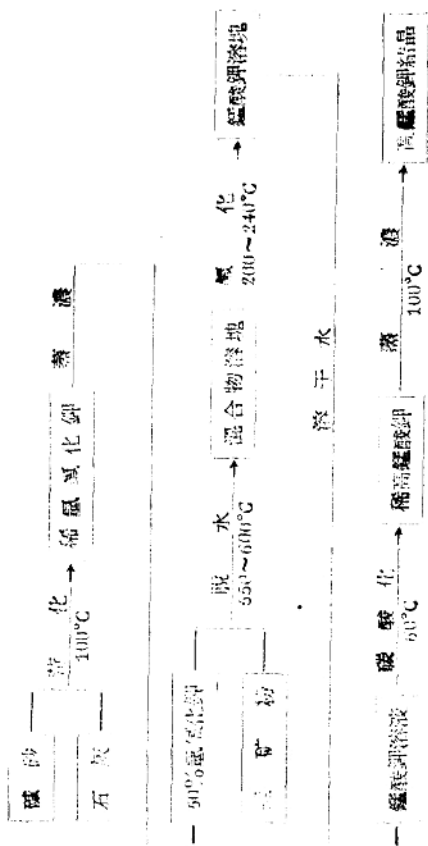
高錳酸鉀的用途，都是利用它的氧化作用，它是一个强氧化剂，因此在有机工業需要强的氧化剂时利用它。如制造糖精、異菸肼等，医学上用作杀菌剂、消毒剂，其他如織物漂白、水的消毒、油脂的脫色和脫臭、用作化学試剂等。

此种产品国内沒有大量生产，一向依靠进口，現在我国有貴州、广州、上海、杭州、營口、开封等地制造，不仅大量供应国内，同时还有一部分出口。

包装及儲运：現在包装大多用能盛 50 公斤的白鉄桶裝盛。在儲运时与有机物、酸类（尤其是硫酸）应当离隔；不能热受；不能

与乙醚、酒精易燃气体接触,否则撞击时能发生爆炸;与甘油混合能自燃;因此应储藏于比较干燥,温度较低之处;搬运时要小心轻放,切勿受重大震动,以防爆炸燃烧;若发生火灾,可用水、砂等灭火。

制造方法:制造高锰酸钾是采用碳酸化法。此法主要是利用二氧化锰加氢氧化钾,通过空气中的氧气氧化而生成锰酸钾,锰酸钾再与二氧化碳作用生成高锰酸钾。其流程如下:

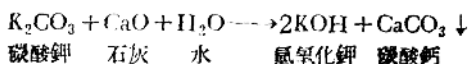


1. 氫氧化鉀的制造

由圖看出，若無氫氧化鉀，还得自己制造，主要原料即是广大农村中藏量丰富的柴碱和桐碱；提出其中的碳酸鉀（即我們所謂的碱砂）与石灰进行反应（这就称为苛化）而得出氫氧化鉀，制造氫氧化鉀所用的碱砂如果含碳酸鉀量在90%以下則需精制，否則制出的氫氧化鉀也不純，会影响錳酸鉀的轉化率（即由錳矿粉与氫氧化鉀經氧化作用生成錳酸鉀的程度）。

精制办法是將碱砂溶于冷水或温水中而不能用热水溶解，因为在热水中溶解，碱砂中少量的杂质也会溶解，沒有达到精制的目的。將碱砂溶解至溶液浓度为 $45^{\circ}\sim 46^{\circ}$ （波美），不能太高也不能太低，太高碳酸鉀結晶而出，則溶解不完全；太低則有少部杂质也随着溶解，使碳酸鉀不純。

精制后的碱砂即可与石灰进行反应。碳酸鉀的量与石灰的量是各用多少呢？主要是根据下面理論計算出来的。



根据方程式我們算出100%碳酸鉀100公斤需要100%石灰（即氧化鈣）40.7公斤。但反应都不能100%地进行的，为了不損失碳酸鉀，一般要多加15~20%的石灰。即是說100%的碳酸鉀100公斤要加100%的石灰55~60公斤。然而碳酸鉀与石灰不可能百分之百地純淨，一般是含有杂质的，那么又怎样配量呢？

比如碱砂含量只有92%，石灰含量是80%，那么100公斤、92%的碳酸鉀要配80%的石灰多少公斤呢？

按理論比例，即100公斤碳酸鉀需要55公斤石灰計：

$$\frac{\text{碳酸鉀}}{\text{石灰}} = \frac{\text{K}_2\text{CO}_3}{\text{CaO}} = \frac{100}{55} = 1.82$$

現在碳酸鉀100公斤中只含92公斤純的碳酸鉀，因此

$$\frac{92}{\text{CaO}} = 1.82$$

那么要加純的 CaO 为

$$\text{CaO} = \frac{92}{1.82} = 50.6 \text{ 公斤}$$

但 CaO 100 公斤中只有 80 公斤純的，因此不純 CaO 的加入量

$$\text{应为} \quad \text{CaO} = \frac{\text{純的}}{80\%} = \frac{50.6}{0.8} = 63.25 \text{ 公斤}$$

因此 100 公斤 92% 的碳酸鉀需要加 80% 的石灰 63.25 公斤。

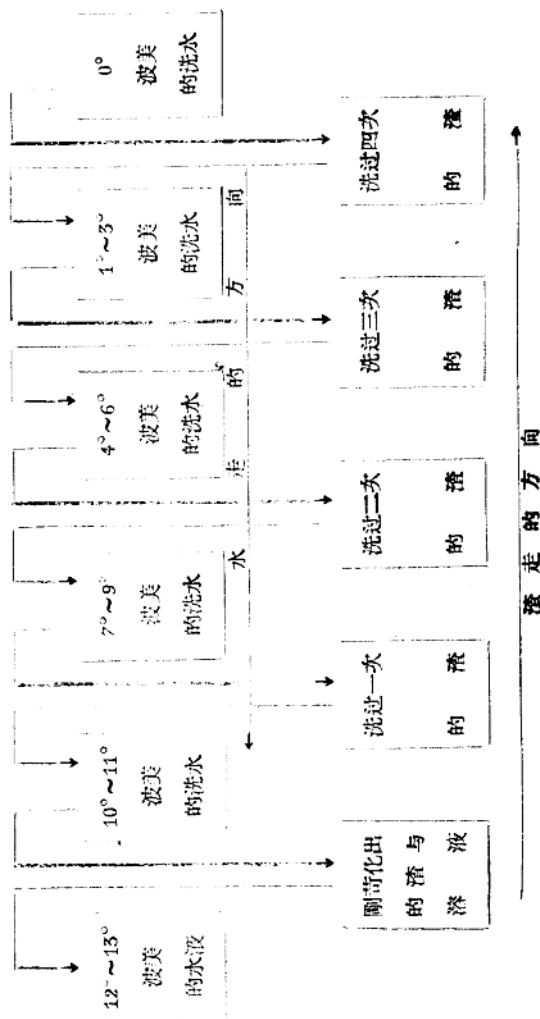
石灰与碳酸鉀并不是一起加入的，必須要先把碳酸鉀配成一定的濃度（12°~18° 波美），不能太高也不能太低，因为碳酸鉀的水溶液呈碱性，若濃度配得太高，則碱性加濃，那么石灰与水变成氫氧化鈣，而不易溶解，碳酸鉀与氫氧化鈣接触机会变少，反应就不完全；若濃度太低，反应虽好，但反应后氫氧化鉀的濃度太稀，蒸濃时要耗費很多燃料。

將配好的碳酸鉀放于苛化鍋中加热至近沸，然后才加入石灰塊，利用石灰自身發熱，可將溫度升至 100°C。多加攪拌，使反应加速。反应至一定时候，檢查其苛化率（即由碳酸鉀变为氫氧化鉀之程度，（方法附后）。

苛化出的氫氧化鉀有一大部分藏于泥渣中，怎样將它洗出来呢？否則是一个严重的損失。我們利用循环漂洗的方法进行洗滌，即是利用較低濃度的水液，洗較高濃度的渣，如第 6 頁圖所示（假若要將渣洗 4~8 次方能洗至零度波美）。

註：粗綫表示較低的水液来洗較高濃度的泥渣；細綫表示洗后渣的水液濃度增高的程度

蒸濃的氫氧化鉀冷却至 40°C 以下即可拿出制硫酸鉀。在蒸濃时析出的杂质运到别处去提氯化鉀及硫酸鉀。在冷却下析出的渣，大部为碳酸鉀，拿出溶解重新进行苛化。在冷却时温度高于 40°C

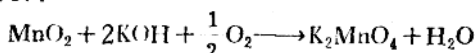


时則碳酸鉀溶于氫氧化鉀中，若溫度低於 7°C 以下，則氫氧化鉀也會結晶作為碳酸鉀除去，而造成浪費。

2. 錳酸鉀的製造

錳酸鉀與氫氧化鉀的配料也要有一定；用太多的氫氧化鉀，一方面是浪費，另一方面不易使料乾燥，若氫氧化鉀太少，則作用不能完全，轉化率不好。一般也要按照反應式來計算出理論量，因為錳礦粉含有雜質及吸收空氣中的二氧化碳要消耗少部分的鹼，並且反應也不可能百分之百地進行到底，因此鹼的量要比理論量多加入一、二成。

按理論計算：



二氧化錳 氫氧化鉀 氧氣 錳酸鉀 水

100 公斤 100% 的錳礦粉，需要 100% 氫氧化鉀 129 公斤。

但一般錳礦粉與氫氧化鉀都不可能百分之百地純粹，又怎樣來計算配料量呢？

例如：現有 80% 的錳礦粉 100 公斤，要 50% 的氫氧化鉀多少呢？

按理論上，

$$\frac{\text{氫氧化鉀}}{\text{錳粉}} = \frac{129}{100} = 1.29$$

但實際要多加 1~2 成氫氧化鉀，一般的實際比例為：

$$\frac{\text{氫氧化鉀}}{\text{錳粉}} = \frac{\text{KOH}}{\text{MnO}_2} = 1.38 \sim 1.4$$

現在 100 公斤氫氧化鉀水液只含純氫氧化鉀 50 公斤，那麼需要純的二氧化錳

$$\text{MnO}_2 = \frac{50}{1.38} = 36.25 \text{ 公斤}$$

但 MnO_2 不純，只含 80%，因此加入不純二氧化錳的實際量為

$$\text{MnO}_2 = \frac{36.25}{0.8} = 45.3 \text{ 公斤}$$

即 100 公斤 50% 的氫氧化鉀需要加入 80% 的錳粉 45.3 公斤。制作錳酸鉀是整个高錳酸鉀車間的重点，它关系着成本的高低，因此我們要特別注意这一工序。其中最重要的是低温氧化阶段，因为在这里的反应是固体与气体的反应，反应速度較慢，同时若条件控制不妥，錳酸鉀会又变成别的化合物，使轉化率不高。影响轉化率的主要是温度，温度过低反应很慢很慢，不符合生产要求，若温度太高，生成的錳酸鉀会被分解，因此在砌爐时最好不要用直接火进行氧化，应该在鍋与火間鋪上一層耐火板，讓温度能均匀接触氧化鍋。另外要注意料的細度，料的粒子愈細其接触面愈大則与空气中氧的接触机会愈多，則轉化率就愈高，为了防止反应过程中的副反应进行，因此在开始反应时还得加入适量的水，噴水多使反应時間增長，若太少了，則又抑制不住副反应而使轉化率不高，因这部反应常随外界的条件（天气的变化，即温度与湿度的变化）不同，而使操作变动，因此不能硬性規定应灵活掌握。

一般温度我們掌握在 200—300°C 之間，噴水的温度，以把料潤湿为准，料的細度最低要通过 80 孔/吋的篩。

反应終点，有經驗的人也可观察料的顏色来判断，但并不一定可靠，最科学的是进行錳酸鉀百分含量的測定，方法附后。

3. 高錳酸鉀的制造

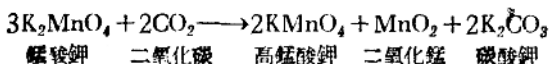
錳酸鉀在水中要分解一部分，生成高錳酸鉀、氫氧化鉀、二氧化錳，若錳酸鉀在較濃碱性溶液中，則不易分解；若碱太濃，則錳酸鉀又不易溶解，它在 10°C 时每 1000 公升氫氧化鉀溶液中溶解的程度如下：

每 1000 公升溶液含氫氧化鉀的数量	112 公斤	224 公斤	336 公斤	448 公斤	560 公斤
每 1000 公升溶液能溶錳酸鉀的数量	200 公斤	110 公斤	23 公斤	13.7 公斤	2.3 公斤

因此在浸出錳酸鉀时，其中碱的濃度要适当控制。若碱濃度太

淡虽溶解錳酸鉀多，与二氧化碳反应时反应虽能完全，但在濃縮时要耗費很多的燃料；若碱濃度太濃，則錳酸鉀不易浸出，因而与二氧化碳反应时还有一部分錳酸鉀沒轉化为高錳酸鉀，在溶液中析出了錳酸鉀与高錳酸鉀的混合晶体，晶粒暗黑而細，即为生产上所謂的次品。一般錳酸鉀的濃度以 $16^{\circ}\sim 25^{\circ}$ 波美为宜(控制錳酸鉀的濃度，即是控制了溶液中碱的含量)。在操作技术沒經驗以前，最好不要取錳酸鉀的高濃度，以 $16^{\circ}\sim 18^{\circ}$ 波美为宜，因为这样在碳化时容易掌握終点。浸出温度，也不宜过高与过低，过高則在有杂质及錳矿粉的碱溶液中，錳酸鉀有分解为二氧化錳的危險；过低則溶解不完全，因此以 $60^{\circ}\sim 90^{\circ}$ 为好。

錳酸鉀碳化反应：



錳酸鉀碳化时所用的二氧化碳必須純淨，尤其是用木炭發气时必须要进行除塵，否則含塵气体含有有机物质，会使生成的高錳酸鉀还原一部分，甚至会全部出不來高錳酸鉀。爐火若不旺时則出現的一氧化碳会分解高錳酸鉀，要加以注意。此处最重要的是掌握好反应終点，如反应不足，会有錳酸鉀遺留；若反应太过，則高錳酸鉀溶液成为酸性溶液，有二氧化錳存在时，則更会促使其分解。最怕的是混入了还原物质如灰塵、一氧化碳等。

得出的高錳酸鉀稀溶液在蒸濃前要进行除去二氧化錳(即所謂紅錳)，否則在高温蒸濃时会把高錳酸鉀完全分解。濃縮液冷却后的結晶，即为高錳酸鉀的粗晶，純度在 $92\sim 98\%$ 。若要純度很高的产品，則再經過再結晶工段处理，可得 99% 以上的高錳酸鉀。

粗品表面附有二氧化錳及碳酸鉀，因此必須再結晶。在將粗晶溶解时，要控制温度，若温度太高錳酸鉀要分解，太低則粗晶溶解太少，目前一般溶解温度不超过 95°C 。下面是高錳酸鉀在水溶液中的溶解度。

温度	每1000公升水中溶解高錳酸鉀之量	温度	每1000公升水中溶解高錳酸鉀之量
0	30 公斤	50	137 公斤
5	33 公斤	55	156 公斤
10	40 公斤	60	167 公斤
15	49 公斤	65	192 公斤
20	55 公斤	70	222 公斤
25	70 公斤	75	228 公斤
30	82 公斤	80	248 公斤
35	97 公斤	85	267 公斤
40	106 公斤	90	286 公斤
45	131 公斤	95	328 公斤

因此在粗晶溶解以后，沉淀时必须保温，不要使温度降低，如果温度降低，高錳酸鉀又要在溶解鍋内结晶，則鍋内出来的高錳酸鉀就大大的减少，所以要特别注意。

建 厂 說 明

1. 建厂条件

建厂条件無特殊要求，只要碳酸鉀、优質石灰、高級錳矿粉、硬質木炭（或有純二氧化碳气）供应便利，建房的木料、磚瓦及爐耐火磚、耐火板、陶瓷鉗管等易于供給，具有几个有能力的木匠与泥水匠等。关于砌爐装配及操作工人，最好先到附近高錳酸鉀車間学习。厂房建筑地点应通风。水源要充裕。劳保要进行專題学习。

2. 原材料供应要求

(1) 錳矿粉質量不能低于75%，制造一吨高錳酸鉀需1.25吨，因此每日生产500公斤高錳酸鉀的用量为0.625吨，全年用量为187.5吨（全年以300天計）。

(2) 石灰質量不能低于70%，每吨高錳酸鉀需要石灰1.6吨，每日产500公斤高錳酸鉀需石灰0.8吨，全年則需240吨（全年以300

天計)。

(3) 碳酸鉀質量不能低於70%，每天高錳酸鉀需1.2噸碳酸鉀，則每天需0.6噸，全年以300天計則需180噸。

(4) 木炭要求硬質燒透的高級木炭，每噸高錳酸鉀需0.65噸木炭則每天需木炭0.325噸，全年300天計需97.5噸。

(5) 煤、每噸高錳酸鉀需煤20噸，則每天僅10噸，全年300天計需煤3000噸。

(6) 水、要不含有還原物質(如 H_2S 及金屬物質)，每噸高錳酸鉀約需水30噸。

(7) 陶瓷管及陶瓷環耐火磚要求質量高必須要能經受 $100^{\circ}C$ 之溫度及不被鹼所腐蝕。耐火磚能耐 $800^{\circ}C$ 之溫度，砌炒鍋爐最好用耐火土。

(8) 制作方鍋或圓錐鍋所用鐵板不得太薄，最好在1公分厚以上，也不須太厚，生鐵質量要好一些。

(9) 其他所用工具要堅實耐用。盛錳酸鉀及高錳酸鉀的桶，可用汽油桶改制。

(10) 發氣(二氧化碳)爐，爐膛要大，爐條要稍密，煙道要作到能起除塵作用。

3. 主要設備

(1) 苛化工序

抽水機	一個	能抽	3~4米高		
苛化鍋	一個	每個	3立方米	鐵質	圓錐形
蒸濃鍋	二個	每個	3立方米	鐵質	長方形
漂洗鍋	九個	每個	3立方米	鐵質	(可代用)圓錐形
溶解鍋	四個	每個	1.5立方米	鐵質	長方形或圓錐形
盛灰桶	四個	汽油桶改作			圓錐形或方形
盛氫氧化鉀桶	二個	每個能盛	500公斤	鐵質	長方形或圓錐形， 附有循環水管

(2) 錳酸鉀工序

炒鍋	7个	盛量300斤	生鐵質	普通淺圓形
磨碎机	1个	能耐高溫	內附80孔/时的篩	約七匹半馬力
氧化鍋	3个	每个長2.6米寬1.9米高0.23	(內翻轉0.03米)	長方形

(3) 高錳酸鉀 工序

浸出鍋	1个	每个1.5立方米	鐵質	圓錐形
洗渣池	3个	每个1.5立方米	鐵質或水泥	圓錐形或長方形
泵池	1个	盛2吨水	水泥	方形
高压抽水泵	1个	能抽6~7米高	耐碱	
蒸濃鍋	3个	每个1立方米	鐵質	長方形
碳化塔	2座	每个4~5米	陶壺缸管	
保温沉降池		每个1.5立方米	鐵質	長方形或圓錐形

(4) 再結晶 工序

溶解鍋	1个(每个)	1.5立方米	鐵質	圓錐形
陶壺水缸	30个	市售水缸		圓錐形
离心机	1个	26寸		
干燥室	1个			長方形

4. 車間人員 (按三班計)

操作崗位	班數	需要人數			共計人數
		一班	二班	三班	
苛化蒸濃帶煨爐	2	3	3		6
漂洗	3	3	3	3	9
溶碱砂	2	2	2		4
炒鍋	3	5	5	5	15
粉碎	3	1	1	1	3
氧化鍋	3	2	2	2	6
溶解、碳化、蒸濃、洗紅錳	3	4	4	4	12
再結晶	2	4	4		8
車間技術員兼分析	1	1			1
車間管理員	1	1			1
全車間人員		26	24	15	65

註：1. 本設計是按比較高的技術要求制訂的（如鍋的形式要求），但如果没有这种形式，也可因陋就簡，拼湊使用。唯粉碎机、抽水泵要盡量作到規定要求。爐灶要做得燒火旺。氧化爐要特別注意，內層要鋪耐火板，要做到使火每个地方均匀。其他，要准

备一些活动喉管、上放水管、自来水管、一批小型工具等，还要做一个洗红锰池（水泥制）以及在碳化爐上設置两个烧水桶（为洗磁渣及红锰用）。

2. 本設計是根据我厂情况設备的，其中設备恐不平衡，可根据情况适当修改。

5. 投資估算

主要設备材料	投資款（元）	数量
鉄板	24800	1分厚鉄板23.25吨
生鉄	182	
陶瓷管	49	
耐火磚	1200	4000塊
水泥	100	12袋
磚	600	20000塊
房屋造料1米 ²	15元共17500	帶办公厂旁共700米 ²
工具仪器及劳保	1500	
离心机（1个）	4000	1个
水泵（2个）	1500	2个
反应塔台	500	
动力綫	200	
水管	500	
爐門爐条	2000	13付(每付150元)
合計投資金額	54631	

註：1. 这些設备都是按新制計算，投資約 54631 元，如果有原来厂房及其他一些設备拼湊使用，則可降低。如果水管利用竹制，虽易损坏，但好好保护还可使用。有些不加热的鉄質池和桶，虽被磁渣沾，但仍可使用一个時間（但沒很好經驗）故投資仍可降低。

2. 原材料（設备）因各地有些价格不同，可能略有出入。

6. 成本和利潤

成本的高低依建厂年代的長短而有不同，因实际經驗的关系与設备平衡关系很大，象同济化工厂开始每吨高锰酸鉀要合 7000 多元，后来慢慢降低，現在是 3700 元；我厂現在成本要合 4000 多元，出厂价格 5000 元，因此每吨利潤在 1000 元左右，但最近碳酸鉀价高，利潤相应有些減少，因此成本与利潤并不是一定不变的。

高錳酸鉀化驗操作規程

1. 原料分析

⊖ 桐碱的分析

試藥：甲基橙，0.1 N 的 HCl 标准溶液。

作法：

精算样品 0.2 克置于錐形瓶內，加 30 毫升蒸餾水，搖盪使其完全溶解，加入 2~3 滴甲基橙指示剂，用 0.1 N HCl 标准溶液滴至淡紅色在 30 秒內不消失为止。

$$\text{計算：} \quad \text{K}_2\text{CO}_3 \% = \frac{\text{ml} \times N \times 0.0691}{G \text{ 样品重}} \times 100$$

⊖ CaO 的分析

試藥：酚酞，0.1 N HCl。

作法：称取石灰 0.2 克放入 200~300 毫升乳鉢內加水湿润研磨成乳狀再加蒸餾水洗淨置于三角瓶內再加热煮沸三分鐘，然后加入酚酞 2 滴，用 0.1 N HCl 滴定(注意急速加 HCl) 至 30 秒內重显紅色时，再加 0.1 N HCl 来回三次滴定后在 30 秒內不再显紅色为止。

$$\text{計算：} \quad \text{CaO} \% = \frac{0.028 \times \text{毫升数} \times N}{\text{样品重}} \times 100$$

⊖ 錳矿粉的分析

試藥：

0.1 N KMnO_4 , H_2SO_4 “濃”，草酸鈉“ $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ”。

根据錳矿粉的含量精称样品，錳矿粉含量在 60% 則称取錳矿粉 0.5 克草酸鈉 0.62 克；若錳矿粉含量在 80% 以上，則称取錳矿粉 0.5 克， $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 1 克；放入 250 毫升，三角瓶內，加水湿润后加濃 H_2SO_4 10 毫升加水 200 毫升，加热煮沸 2~3 小时，至二氧化碳停止發生、殘渣为白色，再加水稀釋保持在 60°C 以上的温度，用 0.1 N KMnO_4 滴定

过剩的 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 呈微紅色，30 秒內不消失为止；按下式計算：

$$\text{MnO}_2 \% = \left(\frac{A}{0.067 \times N} - P \right) \times \frac{N \times 0.04396}{W} \times 100$$

W = 样品克数， A = $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 克数， N = KMnO_4 之“当量浓度”， P = 滴定时所用 KMnO_4 之毫升数。

2. 苛化率之分析

試藥：0.5 N 硫酸，酚酞，甲基橙。

作法：用吸管吸取 2 毫升苛化液于三角瓶內，加水 80 毫升稀釋后加 2~3 滴酚酞用 0.5 N H_2SO_4 滴至無色，記已用之 H_2SO_4 数，再加 2~3 滴甲基橙繼續用 0.5 N H_2SO_4 滴至黃變紅，記下耗用的 H_2SO_4 数。

計算：
$$\frac{M - P}{M + P} \times 100 = \text{苛化率。}$$

M —酚酞作指示剂时耗費之 H_2SO_4 毫升数；

P —甲基橙作指示剂时耗費之 H_2SO_4 毫升数。

KOH 的分析：

試藥：甲基橙，酚酞，0.1 N HCl 标准溶液。

称取 KOH 12 放入 1000 毫升之容量瓶內，加水到刻度使其充分溶解用吸移管吸 20 毫升于三角瓶中，加水稀釋加 2~3 滴酚酞用 0.1 N HCl 滴定完全退色；記已用的 HCl 毫升数再加 2~3 滴甲基橙，用 0.1 N HCl 滴至淡紅色，在 30 秒內不消失为止。

計算：
$$\frac{\text{HCl 毫升数} \times N \times 0.056}{\text{样品重}} \times 100 = \text{KOH} \%。$$

註：HCl 毫升数 = $M - P$ 。 M 与 P 之意义与求苛化率中 M 与 P 同。

K_2MnO_4 的分析

試藥：2 N NaOH, 0.1 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 液；4 N HCl 标准溶液，10% KI 标准溶液。

称取 0.2g 样品于玻璃乳鉢中，溶解于 2 N NaOH 內，玻璃坩埚

和真空抽气泵濾去其中的殘渣，再用2 N NaOH 洗滌兩次，用蒸餾水洗數次，加入KI(10%)10毫升用4 N HCl 7~8毫升稀釋成紅色，用0.1 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 滴至淡黃色，加入5毫升淀粉滴至無色；

$$\text{計算： } \text{K}_2\text{MnO}_4\% = \frac{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3\text{毫升} \times N \times 0.049}{\text{样品重}} \times 100$$

3. 高錳酸鉀成品之分析

試藥0.1 N $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$, 1:1 H_2SO_4

作法：

①取干燥样品3~4克，放于燒杯內，加水溶解后移入1000毫升容量瓶內，加水到刻度搖勻后放置暗处靜止2~3小时后，待 MnO_2 等不溶解物沉淀，吸取上層溶液（必要时用石棉過濾），备滴定用。

②精称錳矿粉，加1倍的草酸鈉，加水20毫升及1:1 H_2SO_4 5毫升，加热至70~80°C，用以上备好之 KMnO_4 溶液滴定至呈微紅色。

（草酸鈉先在105~110°C烘2~3小时，然后再称量）

$$\text{計算： } \text{KMnO}_4\% = \frac{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3\text{毫升数} \times N \times 0.03166}{\text{样品重} \times \frac{\text{KMnO}_4\text{毫升数}}{1000}} \times 100$$

附：紅錳之分析

試藥： H_2SO_4 0.1 N KMnO_4 溶液：

作法：称取样品0.4~0.5克，加 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ 1克，放入同一三角瓶內，加水湿润后加濃 H_2SO_4 10毫升，加水200毫升，再加热煮沸2~3小时使全部溶解、二氧化碳气停止發生、殘渣为白色时，温度保持60°C以上，用0.1 N KMnO_4 滴定至呈淡紅色为止（刚开始时慢慢滴）。

計算：和錳矿粉相同。

$$\text{MnO}_2\% = \left(\frac{A}{0.067 \times N} - P \right) \times \frac{0.04346 \times N}{W} \times 100$$